

**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**

(11)Publication number : 11-140329

(43)Date of publication of application : 25.05.1999

(51)Int.Cl.

C08L101/00  
C08K 3/00  
C08K 3/36  
C08K 9/06  
// (C08L101/00  
C08L 83:04 )

(21)Application number : 09-304048

(71)Applicant : NEC CORP  
TOSHIBA SILICONE CO LTD

(22)Date of filing : 06.11.1997

(72)Inventor : SERIZAWA SHIN  
ICHI MASATOSHI  
IWABUCHI YASUYO  
TAKAGI AKIRA

**(54) FLAME RESISTANT RESIN COMPOSITION****(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To improve a flame resistant effect such as drip prevention without deteriorating functions of a resin composition by adding a mixture of a silicone and an inorganic compound such as a silica powder and the like with a thermoplastic resin.

**SOLUTION:** As the inorganic filter to be added to a thermoplastic resin, a glass fiber or a powder of silica, quartz, aluminum silicate, mica, alumina, aluminum hydroxide, calcium carbonate, talc, iron oxide, graphite or the like can be used and a silica powder is preferable. A silica of which surface is treated with an organic silicon compound to seal the surface silanol is preferable. A silicone of which composing organic groups are an alkyl group, an alkenyl group and an aryl group are preferable and one composed of the methyl group and the phenyl group is further preferable. The silicone terminals are preferably sealed or reduced with a silanol. A mixture is prepared by dissolving a silicone into an organic solvent and a silica powder is dispersed well into it. Then not less than 1 part by weight of this mixture is added to 100 parts by weight of a thermoplastic resin to be made flame resisting.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-140329<sup>V</sup>

(43) 公開日 平成11年(1999) 5月25日

| (51) Int.Cl. <sup>a</sup> | 識別記号 | F I            |
|---------------------------|------|----------------|
| C 0 8 L 101/00            |      | C 0 8 L 101/00 |
| C 0 8 K 3/00              |      | C 0 8 K 3/00   |
| 3/36                      |      | 3/36           |
| 9/06                      |      | 9/06           |
| // (C 0 8 L 101/00        |      |                |

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平9-304048

(22) 出願日 平成9年(1997)11月6日

(71) 出願人 000004237

日本電気株式会社

東京都港区芝五丁目7番1号

(71) 出願人 000221111

東芝シリコン株式会社

東京都港区六本木6丁目2番31号

(72) 発明者 芹澤 慎

東京都港区芝五丁目7番1号 日本電気株式会社内

(72) 発明者 位地 正年

東京都港区芝五丁目7番1号 日本電気株式会社内

(74) 代理人 弁理士 山川 政樹

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 難燃性樹脂組成物

(57) 【要約】

【課題】 樹脂組成物としての機能を低下させることなく、ドリップ防止効果など難燃効果を向上させることができるようにする。

【解決手段】 熱可塑性樹脂に、シリコンおよび無機物との混合物が添加されているようにした。また、その無機物としてシリカ粉を用い、また、そのシリカ粉の表面がアルキルシリル化されているようにした。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 熱可塑性樹脂に、シリコンおよび無機物との混合物が添加されていることを特徴とする難燃性樹脂組成物。

【請求項 2】 請求項 1 記載の難燃性樹脂組成物において、前記無機物がシリカ粉であることを特徴とする難燃性樹脂組成物。

【請求項 3】 請求項 2 記載の難燃性樹脂組成物において、前記シリカ粉は、表面がアルキルシリル化されていることを特徴とする難燃性樹脂組成物。

【請求項 4】 請求項 1～3 いずれか 1 項記載の樹脂組成物において、

前記シリコンは、化学式が  $RSiO_{1.5}$  で示される単位から構成され、

前記化学式中の前記 R はアルキル基、アルケニル基、アリール基のいずれかもしくはそれらを組み合わせた成分からなる基であることを特徴とする難燃性樹脂組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 この発明は、熱可塑性樹脂組成物にシリコンと無機物などの混合物を添加することで難燃化した難燃性樹脂組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 難燃性樹脂組成物は、電気・電子機器部品、建材、自動車部品、日用品などの製品に広く使われている。これらの樹脂組成物には、一般にハロゲンまたはリン化合物を添加することにより難燃性が付与されている。しかし、そのハロゲンおよびリン化合物は、反応性が高い物質であり、取り扱いに注意が必要であるという欠点があった。これに対して、難燃性を付与するために、安定性の高いシリコン化合物を、樹脂組成物に添加する技術が知られている。さらに、シリコン化合物の添加に加え、無機充填剤を混合させることにより、一層の難燃性を発揮させることが可能となり、また、他の物性を向上させることが可能となる。

【0003】 例えば、文献 1（特開昭 59-33319 号公報）には、オルガノポリシロキサン、または、シリコン原子を含まない有機高分子物質とオルガノシリコン化合物との共重合体から選択される、1 種類以上の重合体および無機質充填剤からなる難燃性エポキシ樹脂組成物に関して記載されている。また、文献 2（特開平 8-113712 号公報）には、ポリオルガノシロキサンをシリカ粉充填剤と混合することによって調整した平均粒度が  $1 \sim 1000 \mu m$  の易流動性シリコン重合体粉末を、有機樹脂中に均一に分散させることによってその有機樹脂を難燃化させる技術に関して記載されている。また、文献 3（特開平 7-268217 号公報）には、ポリオルガノシロキサングム、ポリフェニレンエーテル

および補強用充填剤を含んだ、すなわち、フェームドシリカを含んだ組成物が、難燃性を強く有していることに関して記載されている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、従来のシリコン単独の添加では難燃化が不十分であり、さらに、無機充填剤を組み合わせる添加しても難燃化が十分でないため、上述した文献 1 では、より難燃性を得るために、II 族や V III 族に属する金属の化合物も添加するようにしている。また、文献 4（特開平 4-93363 号公報）では、オルガノポリシロキサンと合成樹脂成分とからなる難燃性樹脂組成物に関して記載されているが、ここでは、それらに有機臭素化合物も添加するようにしている。また、文献 2 に記載されている難燃性樹脂組成物は、熱放出や煙の発生を減少させ、また、有毒な一酸化炭素の発生を減少させる効果を備えているとされている。しかし、この文献 2 に記載された難燃性樹脂組成物においても、UL 94 試験で V-1（厚さ 3.2 mm）以上を達成するためには、有機ハロゲン化合物を併用する必要があった。なお、UL 94 試験は、アンダーライターズ・ラボラトリーズが定めている、機器部品用プラスチック材料の難燃性試験の難燃性の指標となる規格である。

【0005】 すなわち、従来では、有機ハロゲン化合物などの反応性の高いものを添加しないと、十分な難燃性が得られていなかった。また、有機ハロゲン化合物などを用いなくても、無機充填剤などの添加量を多くすれば、難燃性を向上させることができるが、これでは、難燃性樹脂組成物に必要な強度などが得られなくなってしまう。従って、この発明は、以上のような問題点を解消するためになされたものであり、樹脂組成物としての機能を低下させることなく、ドリップ防止効果など難燃効果を向上させることができるようにすることを目的とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 この発明の難燃性樹脂組成物は、熱可塑性樹脂に、シリコンおよび無機物との混合物が添加されているようにした。また、その無機物としてシリカ粉を用い、また、そのシリカ粉の表面がアルキルシリル化されているようにした。この結果、混合物の添加量を減らしても、難燃性が十分確保される。

## 【0007】

【発明の実施の形態】 以下この発明の実施の形態を説明する。この発明の難燃性樹脂組成物は、シリコンと無機物の充填剤の混合物を、所望とする熱可塑性樹脂に添加して構成するようにした。この、無機の充填剤としては、次に示すものを用いるようにすればよい。すなわち、シリカ、石英、ケイ酸アルミニウム、マイカ、アルミナ、水酸化アルミニウム、炭酸カルシウム、タルク、炭化珪素、窒化珪素、窒化硼素、酸化チタン、酸化鉄、

グラファイト、カーボンなどの粉末、ガラス繊維および任意のこれらの混合物を用いるようにすればよい。特に、シリカの粉末が好ましい。

【0008】そのシリカの表面にはシラノールが存在するが、このシラノールはアルキル基を有する有機珪素化合物と反応させて封止することが好ましい。その封止するための有機珪素化合物は、炭化水素と珪素の化合物にシラノールと反応できる官能基を有するものである。例えば、炭化水素としては、炭素数1〜10の炭化水素であり、特に好ましくは、メチル、エチル、フェニル、ビニルなどである。また、シラノールと反応できる官能基としては、塩素やアルコキシが挙げられる。アルコキシの場合は、メトキシやエトキシが好ましい。また、さらに、シラザン類の形態も好ましい。具体的には、トリメチルクロロシラン、トリメチルメトキシシラン、トリメチルエトキシシラン、ヘキサメチルシラザン、フェニルジメチルクロロシラン、フェニルジメチルメトキシシラン、トリフェニルクロロシランなどである。

【0009】有機珪素化合物によるシリカ粉の表面処理方法は、シリカ粉表面のシラノールを封止した状態にできる方法であれば、いかなる方法であってもよく、公知の表面処理方法を適用することができる。例えば、シリカ粉を流動状態に保持しながら、有機珪素化合物を混合接触させることにより、シリカ粉の表面処理ができる。さらに、シリカ粉は、表面積が $50\text{ m}^2/\text{g}$ 以上、さらに好ましくは $100\text{ m}^2/\text{g}$ 以上のものを用いた方が、難燃性には好ましい。

【0010】また、シリコーンとしては、式 $\text{R}_2\text{SiO}_{1.0}$ で示される単位(D単位)、式 $\text{RSiO}_{1.5}$ で示される単位(T単位)、式 $\text{SiO}_{2.0}$ で示される単位(Q単位)、のいずれか、あるいは、いくつかの組み合わせから構成するようにすればよい。特に、シリコーン中に式 $\text{RSiO}_{1.5}$ で示される単位(T単位)を含有することが難燃化には好ましい。

【0011】それらシリコーンを構成する有機基Rは、アルキル基、アルケニル基、アリール基などでよく、特に、メチル基とフェニル基が好ましく、さらに好ましくは、これらの混合物である。また、シリコーンの末端が式 $\text{R}_3\text{SiO}_{0.5}$ で示される単位(M単位)で封止され、シラノールを極力低減していることも、これらシリコーンを添加する樹脂組成物の難燃化には好ましい。

【0012】次に、シリコーンとシリカ粉を混合する方法としては、トルエン、キシレン、イソプロピルアルコールなどの有機溶剤に、任意の割合で溶解したシリコーンにシリカ粉を十分に分散させることができれば、公知のいずれの方法を用いるようにしてもよい。例えば、ヘンシャルミキサー、万能混合機、ニーダーミキサーなどの装置に、有機溶剤に任意の割合で溶解した上述のシリコーンを入れて十分に混合した後、得られたシリコーンとシリカ粉と有機溶剤の混合物から、その有機溶剤を加

熱などで除去することにより、上述のシリコーンとシリカ粉の混合物が得られる。

【0013】そして、その混合物を、難燃化をしたい熱可塑性樹脂に添加するようにすればよい。ここで、その熱可塑性樹脂成分100重量部に対して、混合物を1重量部以上添加するようにすればよい。添加量がそれより少ないと、難燃効果が低下する。ただし、添加量が多すぎると、得られた難燃性樹脂組成物の成形性などの特性を低下させてしまう。従って、熱可塑性樹脂成分100重量部に対して、混合物を50重量部以上は添加しない方がよい。

【0014】なお、上述した熱可塑性樹脂としては、例えば、次に示すものを用いればよい。ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリスチレン、耐衝撃性ポリスチレン、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル、アクリロニトリル、ブタジエン、スチレンの共重合体(ABS)、ポリカーボネートとABS樹脂のアロイ、ポリエチレンテレフタレートおよびこれらの混合物。特にこの中でも、ポリカーボネート樹脂が好ましい。さらに、上述した難燃性樹脂組成物に、必要に応じて補強剤を添加するようにしてもよい。その補強剤としては、酸化防止剤、中和剤、紫外線吸収剤、帯電防止剤、顔料、分散剤、滑剤、増粘剤、充填剤など。一般に樹脂組成物に配合されるものである。

【0015】そして、上述した混合物を熱可塑性樹脂に添加する方法としては、従来よりゴムプラスチック形成の場合と同様の装置を用いて混合するようにすればよい。例えば、リボンブレンダー、ヘンシェルミキサーなどの混合攪拌機を用い、上述の混合物と熱可塑性樹脂それぞれの原料を個別に十分混合分散させた後、バンバリロール、押し出し機などの熔融混練機によって混練すれば、難燃性樹脂組成物が得られる。加えて、その混練の後で、例えば、射出成形、押し出し成形、圧縮成形、真空成形などにより、所望の形状に成形することで、難燃性樹脂体を得ることができる。

【0016】

【実施例】以下、この発明の実施例を説明する。まずはじめに、シリコーンの調整に関して説明する。

(シリコーン調製例1) 以下の表1の構成単位のA-1の組成となるシラン化合物(クロロシラン、アルコキシシラン)と、必要量の溶剤(トルエン、キシレン)を所定のフラスコに入れる。次に、フラスコに入れたそれらシラン溶液が均一になったら、攪拌しながら、フラスコ上部より必要量の水を一定時間内に滴下し、加水分解を行う。その反応が終了したら、フラスコ内に生成されたシリコーンレジン層と水層を分液ロートで分ける。次に、シリコーンレジン溶液中の塩酸分や副生成物を除去するために水を添加し、加熱水洗を行う。水洗後、分液を行ってシリコーンレジン溶液を得る。そして、そのシリコーンレジン溶液を脱溶、濾過、濃度調整することに

より、分子量 (Mw) 3 万、不揮発分 50 wt % のシラノール含有シリコーンレジン溶液を得た。

【0017】 ついで、そのシリコーンレジンのシラノール基を封鎖 (封止) するために、それらに必要な量のヘキサメチルジシラザンを添加し、80℃で3時間加熱反応させることにより、末端トリメチルシリル基シリコーンレジン溶液を得た。そして、それらを濾過・脱溶することにより、軟化点70℃、分子量 (Mw) 3 万のシリコーン固形レジン (シリコーンA-1) を得た。

【0018】 (シリコーン調製例2) 以下の表1の構成単位のシリコーンA-2の組成となるシラン化合物 (クロロシラン、アルコキシシラン) と、必要量の溶剤 (トルエン、キシレン) をフラスコに入れる。そして、上述したシリコーン調製例1と同様の方法により、軟化点110℃、分子量 (Mw) 3 万のシリコーン固形レジン (シリコーンA-2) を得た。

【0019】 (シリコーン調製例3) 以下の表1の構成シリコーンの調整

| シリコーン | 構成単位（モル比）                          |                      |                      | シリコーンの<br>末端基 | シリコーンの<br>分子量<br>（Mw） |
|-------|------------------------------------|----------------------|----------------------|---------------|-----------------------|
|       | D単位                                | T単位                  |                      |               |                       |
|       | Me <sub>2</sub> SiO <sub>1.5</sub> | MeSiO <sub>1.5</sub> | PhSiO <sub>1.5</sub> |               |                       |
| A-1   | 10                                 | 45                   | 45                   | トリメチルシリル基     | 30000                 |
| A-2   | 50                                 | 50                   | 0                    | トリメチルシリル基     | 30000                 |
| A-3   | 0                                  | 100                  | 0                    | トリメチルシリル基     | 30000                 |
| A-4   | 100                                | 0                    | 0                    | トリメチルシリル基     | 50000                 |

【0022】 次に、充填剤の調整に関して説明する。

(充填剤調製例1) まず、シラノール基を有する比表面積200m<sup>2</sup>/gの湿式シリカを100gフラスコに入れ、窒素ガス雰囲気下で流動状態にする。つぎに、そのフラスコの上部より、液状状態にしたトリフェニルクロロシラン5gを滴下し、反応させる。そして、その反応が終了した後、フラスコの内容物を加熱 (120℃) 処理により脱塩酸処理を行い、比表面積200m<sup>2</sup>/gのトリフェニルシリル化シリカ粉 (充填剤B-1) 104gを得た。

【0023】 (充填剤調製例2) まず、シラノール基を有する比表面積200m<sup>2</sup>/gの湿式シリカを100gフラスコに入れ、窒素ガス雰囲気下で流動状態にする。次に、そのフラスコの上部より、液状状態にしたトリメチルクロロシラン5gを滴下して反応させる。その反応が終了した後、上述した充填剤調製例1と同様の方法により、比表面積200m<sup>2</sup>/gのトリメチルシリル化シリカ粉 (充填剤B-2) 103gを得た。

【0024】 (充填剤調製例3) まず、シラノール基を有する比表面積200m<sup>2</sup>/gの湿式シリカ100gを

単位のシリコーンA-3組成となるシラン化合物 (クロロシラン、アルコキシシラン) と、必要量の溶剤 (トルエン、キシレン) をフラスコに入れる。そして、上述したシリコーン調製例1、2と同様の方法により、軟化点90℃、分子量 (Mw) 3 万のシリコーン固形レジン (シリコーンA-3) を得た。

【0020】 (シリコーン調製例4) 環状シロキサンオクタメチルシクロテトラシロキサンをフラスコに入れ、D4中の水分を除去するため脱水処理を行う。次に、一定温度で加熱し攪拌した状態で、必要量のKOH触媒とデカメチルテトラシロキサンを添加し、重合を行う。そして、粘度を調整し、また、平衡化により分子量を調整することにより、分子量 (Mw) 5 万のシリコーンオイル (シリコーンA-4) を得た。

【0021】

【表1】

フラスコに入れ、窒素ガス雰囲気下で流動状態にする。上部より、液状状態にしたジメチルビニルクロロシラン5gを滴下し反応を行う。終了後、前述した充填剤調製例1と同様の方法により、比表面積200m<sup>2</sup>/gのジメチルビニルシリル化シリカ粉 (充填剤B-3) 103gを得た。

【0025】 (充填剤調製例4) シラノール基を有する比表面積130m<sup>2</sup>/gの湿式シリカ100gをフラスコに入れ、加熱 (120℃) 乾燥し、脱水処理して、比表面積130m<sup>2</sup>/gのシラノール基含有シリカ粉 (充填剤B-4) 99gを得た。

【0026】 (充填剤調製例5) シラノール基を有する比表面積200m<sup>2</sup>/gの湿式シリカ100gをフラスコに入れ、充填剤調製例4と同様の方法により、比表面積200m<sup>2</sup>/gのシラノール基含有シリカ粉 (充填剤B-5) 99gを得た。以下の表2に、上述した充填剤調製例1〜5で得られた、表面処理シリカ粉 (充填剤B-1〜B-5) の構造特性を示す。

【0027】

【表2】

| 充填剤 | 比表面積 (m <sup>2</sup> /g) | 充填剤の表面処理    |
|-----|--------------------------|-------------|
| B-1 | 200                      | トリフェニルシリル化  |
| B-2 | 200                      | トリメチルシリル化   |
| B-3 | 200                      | ジメチルビニルシリル化 |
| B-4 | 130                      | 未処理         |
| B-5 | 200                      | 未処理         |

【0028】次に、上述したシリコーン（A-1～A-4）と充填剤（B-1～B-5）の混合物の調整に関して説明する

（混合物調製例1）シリコーン（A-1）70重量部と充填剤（B-1）30重量部を万能混合機に入れ、120℃で熔融混練を行い、シリコーン+充填剤からなる100重量部の固形の混合物（C-1）を得た。

（混合物調製例2）シリコーン（A-2）70重量部と充填剤（B-2）30重量部を、上述の混合物調製例1と同様の方法で混練を行い、100重量部の固形の混合物（C-2）を得た。

【0029】（混合物調製例3）シリコーン（A-3）70重量部と充填剤（B-3）30重量部を、前述した混合物調製例1と同様の方法で混練を行い、100重量部の固形の混合物（C-3）を得た。

（混合物調製例4）シリコーン（A-4）70重量部と充填剤（B-2）30重量部を、前述した混合物調製例1と同様の方法で混練を行い、100重量部の固形の混合物（C-4）を得た。

【0030】（混合物調製例5）シリコーン（A-1）70重量部と充填剤（B-4）30重量部を万能混合機に入れて加熱熔融混練を行い、100重量部の固形の混

合物（C-5）を得た。

（混合物調製例6）シリコーン（A-2）70重量部と充填剤（B-5）30重量部を、前述した混合物調製例1と同様の方法で混練を行い、100重量部の固形の混合物（C-6）を得た。

（混合物調製例7）シリコーン（A-3）70重量部と充填剤（B-5）30重量部を、前述した混合物調製例1と同様の方法で混練を行い、100重量部の固形の混合物（C-7）を得た。

【0031】（混合物調製例8）シリコーン（A-4）70重量部と充填剤（B-4）30重量部を、前述した混合物調製例1と同様の方法で混練を行い、100重量部の固形の混合物（C-8）を得た。

（混合物調製例9）シリコーン（A-4）70重量部と充填剤（B-5）30重量部を、前述した混合物調製例1と同様の方法で混練を行い、100重量部の固形の混合物（C-9）を得た。以下の表3に、上述した混合物調製例1～9で得られた、混合物（C-1～C-9）の配合特性を示す。

【0032】

【表3】

混合物（シリコーン/充填剤）の調整（配合単位は重量部）

| 混合物 | シリコーン |     |     |     | 充填剤 |     |     |     |     |
|-----|-------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
|     | A-1   | A-2 | A-3 | A-4 | B-1 | B-2 | B-3 | B-4 | B-5 |
| C-1 | 70    |     |     |     | 30  |     |     |     |     |
| C-2 |       | 70  |     |     |     | 30  |     |     |     |
| C-3 |       |     | 70  |     |     |     | 30  |     |     |
| C-4 |       |     |     | 70  |     | 30  |     |     |     |
| C-5 | 70    |     |     |     |     |     |     |     | 30  |
| C-6 |       | 70  |     |     |     |     |     |     | 30  |
| C-7 |       |     | 70  |     |     |     |     |     | 30  |
| C-8 |       |     |     | 70  |     |     |     | 30  |     |
| C-9 |       |     |     | 70  |     |     |     |     | 30  |

【0033】次に、この発明の実施例における難燃性樹脂組成物の調整に関して説明する。まず、上述したことにより得られたシリコーンと充填剤（シリカ粉）の混合

物と、熱可塑性樹脂として用いたビスフェノールA型ポリカーボネート樹脂（住友ダウ製ガリバー301-10）とを、石臼式の押し出し機で熔融混練した。その時

の混練温度は 280℃である。次に、熔融混練された樹脂組成物を、120℃で3時間乾燥した後、3.2×12.7×130 (mm) の大きさの試験片を射出法で成形した。この成形温度は300℃で、成形時間は27秒である。そして、射出法で成形された試験片をアンダーライターズ・ラボラトリーズが定めているUL94V試験（機器の部品用プラスチック材料の燃焼性試験）に準

拠した難燃性の評価を行った。UL94Vとは、鉛直に保持した所定の大きさの試験片に、バーナーの炎を10秒間接炎した後の残炎時間やドリップ性から、難燃性を評価する方法であり、以下の表4に示すクラスに分けられる。

【0034】

【表4】

|             | V-0   | V-1    | V-2    |
|-------------|-------|--------|--------|
| 各試料の残炎時間    | 10秒以下 | 30秒以下  | 30秒以下  |
| 5試料の全残炎時間   | 50秒以下 | 250秒以下 | 250秒以下 |
| ドリップによる綿の着火 | なし    | なし     | あり     |

【0035】なお、上記表4に示す残炎時間とは、着火源を遠ざけた後の、試験片が有炎燃焼を続ける時間の長さである。また、ドリップによる綿の着火とは、試験片の下端から約300mm下にある綿が、試験片からの滴下（ドリップ）物によって着火されるかによって決定される、

【0036】以下の表5～表7に、この発明の実施例1～9における、各難燃性樹脂組成物（試験片）の熱可塑

性樹脂100重量部に対するシリコン及び充填剤（シリカ粉）の配合量と、各樹脂組成物の混練性、残炎時間及びドリップ性の試験結果を示す。なお、以下の表5～7において、成分Aは、熱可塑性樹脂を示し、成分Bは、その熱可塑性樹脂を難燃化するために加える充填剤もしくは混合物であり、表1～3に示したものである。

【0037】

【表5】

|     |          | 実施例  |      | 比較例 |      |      |      |      |     |
|-----|----------|------|------|-----|------|------|------|------|-----|
|     |          | 1    | 2    | 1   | 2    | 3    | 4    | 5    | 6   |
| 成分A | ポリカーボネート | 100  | 100  | 100 | 100  | 100  | 100  | 100  | 100 |
| 成分B | A-4      | —    | —    | 5   | 7.15 | —    | —    | —    | —   |
|     | B-4      | —    | —    | —   | —    | 2.15 | —    | —    | —   |
|     | B-5      | —    | —    | —   | —    | —    | 2.15 | 7.15 | —   |
|     | C-8      | 7.15 | —    | —   | —    | —    | —    | —    | —   |
|     | C-9      | —    | 7.15 | —   | —    | —    | —    | —    | —   |
| 混練性 |          | ○    | ○    | △   | △    | ○    | ○    | ○    | ○   |
| 難燃性 | 残炎時間 (秒) | 82   | 81   | 88  | 86   | 96   | 93   | 91   | 97  |
|     | ドリップ性    | △    | △    | ×   | ×    | ×    | ×    | ×    | ×   |

【0038】

【表6】

|     |          | 実施例<br>3 4 5 |      |      |
|-----|----------|--------------|------|------|
| 成分A | ポリカーボネート | 100          | 100  | 100  |
| 成分B | C-5      | 7.15         | —    | —    |
|     | C-6      | —            | 7.15 | —    |
|     | C-7      | —            | —    | 7.15 |
| 混練性 |          | ○            | ○    | ○    |
| 難燃性 | 残炎時間 (秒) | 73           | 75   | 75   |
|     | ドリップ性    | △            | △    | △    |

【0039】

【表7】

|     |          | 実施例<br>6 7 8 9 |      |      |      |
|-----|----------|----------------|------|------|------|
| 成分A | ポリカーボネート | 100            | 100  | 100  | 100  |
| 成分B | C-1      | —              | 7.15 | —    | —    |
|     | C-2      | —              | —    | 7.15 | —    |
|     | C-3      | —              | —    | —    | 7.15 |
|     | C-4      | 7.15           | —    | —    | —    |
| 混練性 |          | ○              | ○    | ○    | ○    |
| 難燃性 | 残炎時間 (秒) | 75             | 62   | 67   | 68   |
|     | ドリップ性    | △              | ○    | ○    | ○    |

【0040】なお、上記表5～7において、○：混練良好（吐出安定）、△：混練にやや問題あり（吐出時に若干の脈動あり）を示す。また、残炎時間は、5試料の残炎時間の合計（秒）を示し、ドリップ性の結果においては、○はドリップなし、△はドリップはあるが標識物質への着火はなし、×はドリップによる標識物質への着火ありをそれぞれ示している。また、配合量単位は、重量部である。

【0041】表5の実施例1～2及び表6の実施例3～5と、表5の比較例1～6に示したように、実施例のシリコーンと充填剤（シリカ粉）の混合物とポリカーボネート樹脂からなる組成物は、比較例のポリカーボネート単独（比較例6）や、シリコーン単独添加のもの（比較

例1～2）、及び、充填剤単独添加のもの（比較例3～5）よりも、ドリップ性が改善され、難燃性が良くなっていることがわかる。また、充填剤の存在により、シリコーン単独での混練性を改善することがわかる。

【0042】また、表7には、充填剤の表面処理及びシリコーンの構造による難燃性向上の結果を示している。この表7からわかるように、充填剤であるシリカ粉表面をあらかじめアルキルシリル処理して加えた場合（実施例6）、実施例2に示す表面処理をしないシリカ粉とシリコーン成分と添加した場合よりも、残炎時間を短くすることができ、さらに高い難燃性を示すことがわかる。さらに、実施例7～9に示すように、実施例6の特徴に加えて、さらに、難燃化のために加えるシリコーンの末端が、トリアルキルシロキシで封止され、なおかつRSiO<sub>1.5</sub>で示される単位を含有する場合、その難燃性樹脂組成物は、残炎時間を短くし、かつドリップも生じなくなることから、さらに高い難燃性を示すことがわかる。

【0043】以上、上述したように、シリコーンと充填剤の混合物が加えられたポリカーボネート樹脂からなる難燃性樹脂組成物は、難燃性の向上、特にUL試験での残炎時間及びドリップ性の改良の効果を持つ。また、難燃性が従来よりも向上したことにより、シリコーンおよび充填剤などからなる成分の添加量を削減でき、また、低分子量シリコーンの混練性向上、コストダウン、機械的強度の向上といった効果が得られる。また、上述したような本発明の難燃性樹脂組成物によれば、他の難燃剤（例えば、ハロゲン化物、ハロゲン化合物と酸化アンチモンの組み合わせ、又はリン化合物）を用いなくとも上記のように相当の難燃性を発揮させることができる。なお、本発明のシリコーンと無機物の混合物は、上記難燃剤と併用して相乗効果を利用することも可能であるが、本発明の難燃性樹脂組成物の難燃性が従来よりも向上したため、シリコーンと無機物の混合物及びそれ以外の難燃剤の使用量を大幅に低減できる。

【0044】

【発明の効果】以上説明したように、この発明では、熱可塑性樹脂に、シリコーンおよび無機物との混合物が添加されているようにした。また、その無機物としてシリカ粉を用い、また、そのシリカ粉の表面がアルキルシリル化されているようにした。この結果、この発明の難燃性樹脂組成物は、樹脂組成物としての機能を低下させることなく、ドリップ防止など効果など難燃効果を向上させることができるという効果を有する。



フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>  
C 0 8 L 83:04)

識別記号

F I

(72) 発明者 岩瀬 靖世  
東京都港区六本木六丁目 2 番 31 号 東芝シ  
リコン株式会社内

(72) 発明者 高木 明  
東京都港区六本木六丁目 2 番 31 号 東芝シ  
リコン株式会社内